

Abstract of the publication

Name of publication: Japanese Patent laid-Open No. S53-1142

Title: Control method of an undecomposed ammonia gas  
concentration of a nitriding atmosphere in a two-stage  
5 nitriding method Extruding container using gas pressure

Date of publication: January 7, 1978

Application No.: Patent Appln. No. S51-75120

Date of application: June 24, 1976

Inventor's name: Kazuo MIKADO and three others

10 Applicant's name: Koyo Seiko Kabushiki Kaisha

An automatic control of the undecomposed ammonia gas concentration  
occupied in an in-furnace atmosphere in the two-stage nitriding method,  
characterized in that gas corresponding to differential between the amount of a  
15 setting concentration and an in-furnace substantial concentration is adjusted  
and supplied as a variable gas amount from a variable supply path by a  
command signal of a variable supply path control section constructed by a  
target concentration setting device, a gas concentration analyzer, a comparing  
circuit and an operating section in addition to a preset constant supply gas  
20 amount from a basic supply path so that the undecomposed ammonia gas  
concentration within the furnace is controlled. Further, starting and stopping  
operations of each device accompanied by the progress of each process of  
nitriding processing are set in advance by a program control section.

日本国特許庁  
公開特許公報

特許出願公開

昭53—1142

Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 23 C 11/14  
C 21 D 1/76

識別記号

日本分類  
12 A 32

庁内整理番号  
7619—42

公開 昭和53年(1978)1月7日

発明の数 1  
審査請求 有

(全 6 頁)

二段窒化法における窒化雰囲気中の未分解アンモニアガス濃度の制御方法

特 願 昭51—75120

出 願 昭51(1976)6月24日

発 明 者 神門一夫  
柏原市旭ヶ丘3丁目1の29

同 関田豊  
桜井市大字谷928番地

発 明 者 草部豊  
橿原市地黄町66の1

同 白江彰夫  
福岡市西区星の原団地27番301号

出 願 人 光洋精工株式会社  
大阪市生野区中川東2丁目4番6号

特 代 理 人 介理士 五歩一敬治

明 細 書

1. 発明の名称

二段窒化法における窒化雰囲気中の未分解アンモニアガス濃度の制御方法

2. 特許請求の範囲

二段窒化法におけるが内部雰囲気中に占める未分解アンモニアガス濃度の自動制御において、基本供給経路からの予め設定された一定の供給ガス量に加えて、目標濃度設定値、ガス濃度分析計、比較回路および作動部からなる可変供給経路制御部の指令信号により設定濃度と炉内実体濃度の差分相当量のガスを可変供給経路から可変ガス量として調節供給することにより炉内の未分解アンモニアガス濃度を制御し、一方窒化処理の各工程の進行に伴う各装置の始停動作はプログラム制御部によ

り予め制定されていることを特徴とする二段窒化法における窒化雰囲気中の未分解アンモニアガス濃度の制御方法

3. 発明の詳細な説明

本発明は二段窒化法における窒化雰囲気中の未分解アンモニアガス濃度の制御方法に関する。

二段窒化法は主として鉄鋼製品の表面処理法として広く採用されているが、一段窒化法に比較して表面の窒化層を厚くすると共に最表面に形成されやすい相を減少させるのに効果的であり、又使用するアンモニアガス量も少なく済み、すぐれた長所を持つている。しかしその反面アンモニアガスの分解率を二段階に亘つて制御しなければならず、処理プロセスにおける自動化を困難なものにしてきた。

本発明は二段階に亘る窒化処理において、雰囲気中の未分解アンモニアガス濃度を正確に制御し得る自動制御方法を提供するものである。

実施例について説明すると、図1図は本発明を具体化する各装置の系統図であつて、窒化炉(1)とその付属装置のモーターバルブ(2)、(3)、熱交換器(4)、ブロー(5)等からなる加熱装置、目標濃度設定器(6)、(7)、比較回路(8)、赤外線ガス濃度分析計(9)、および作動部(10)等からなる可変供給経路制御部、循環用ガス供給経路(11)、(12)、アンモニアガス基本供給経路(13)、(14)、分解ガス系基本供給経路(15)、アンモニアガス可変供給経路(16)、(17)、および排気燃焼用ガス供給経路(18)、(19)、等からなる供給経路、その他の付属装置からなっている。プログラム制御部(1)は窒化処理における各工程の時間的経

- 3 -

供給経路(16)、(17)にアンモニアガスを可変量流す。

この可変量のアンモニアガスと、プログラム制御部(1)からの指令により基本供給経路に流れる一定量のガスにより炉内の未分解アンモニアガス濃度が設定値に維持される。

二段階窒化処理の進行に伴り炉内温度と未分解アンモニアガス濃度の変化を第2図に略図する。第一段階窒化処理は500〜530℃で5〜10時間、未分解アンモニアガス濃度60〜85%で行ない、第二段階窒化処理は550〜580℃で5〜50時間、未分解アンモニアガス濃度15〜25%で行なり、炉内圧はガス圧調整器(7)で測定され各窒化処理を通じて100〜150 mm Hg 程度に保持されている。

各段階におけるアンモニアガス濃度制御を窒化処理の時間的経過と共に詳述すると、まず窒化炉

内を予め設定してなるプログラム方式の基本制御機能を有しており、窒化処理の進行に伴つての加熱装置、可変供給経路制御部の始停動作、および各供給経路の電磁弁の開閉動作を各装置間相互に関連づけて制御する。

プログラム制御部(1)により始停動作される可変供給経路制御部は目標濃度設定器(6)、(7)、比較回路(8)、赤外線ガス濃度分析計(9)、比較回路(8)、および作動部(10)からなるが、目標濃度設定器(6)、(7)により予め設定された未分解アンモニアガス濃度値と、排気ガス経路(19)途中からサンプリングした排気ガスを赤外線ガス濃度分析計(9)により測定して得られた炉内の未分解アンモニアガス濃度実測値とを比較回路(8)で比較し、作動部(10)へ指令信号を送り、モーターバルブ(12a)を作動させて、可変

- 4 -

(1)に処理品が投入される。投入が完了すると、電磁弁(10)、(11)の開動作により循環用ガス供給経路(11)が開かれ、アンモニアガスがバルブ(2)を通つて排気経路(19)に導かれ窒化炉(1)に入り、炉内残留の空気を排気ガス経路(19)を通じて大気放散する。(10)はアンモニアガス送用バルブである。この際排気ガスの一部は赤外線ガス濃度分析計(9)を経て排気ガス濃度装置(18)へ、残りは直接装置(19)へ導かれ、燃焼用ガス供給経路(18)、(19)からのLPGガスと空気をより燃焼、大気放散される。(10)、(11)は各々LPGガスと空気送用バルブである。上記排気(19)に流れるアンモニアガスの流量は流量計測により予め適量にセットされている。

炉内残留空気の置換が進行し、排気ガス経路(19)途中からサンプリングした排気ガスを赤外線ガス

- 5 -

- 6 -

濃度分析計にて測定して得られたアンモニアガス濃度が90～100ppmを示すと、窒化炉内の昇温が開始される。同時に電磁弁が開き経路(1)は閉鎖する。代つて電磁弁が開動作し、第一段窒化処理基本供給経路(2)が開かれる。該経路側を流れるアンモニアガス量は流量計(3)により予め適当量にセットされているが、その量とは昇温と共に低下する未分解アンモニアガス濃度が昇温完了時に第一段処理設定濃度に若干低く到達するような流量である。流量の決定はアンモニア濃度が温度、圧力、およびアンモニアガス供給量により決定されるので、例えば温度を500℃、炉内圧を100mmHg、未分解アンモニアガス濃度を80ppmに決めれば概ねその流量は決まる。

第一段処理濃度に到達すると第一段窒化が開始

— 7 —

速やかに設定濃度に到達し、その後設定値に正確に維持される。

第一段窒化処理が終了すると、電磁弁が開き、経路(1)、(2)は閉鎖する。目標濃度設定器(4)、比較回路(5)及び作動部はその指令を停止する。代つて電磁弁が開動作し、第二段窒化処理基本供給経路(6)及び分解ガス基本供給経路(7)が開かれ、第二段窒化処理温度への昇温が始まる。この際、経路(1)及び経路(2)を流れるガス流量は流量計(3)により予め適当量にセットされている。この適当量は第二段窒化処理温度への昇温完了時に、第二段窒化処理設定濃度に若干低く到達するような流量である。第二段窒化処理においては未分解アンモニアガス濃度を第一段の場合に比して非常に低く設定するので、アンモニアガス分解器

— 8 —

特開 昭53-1142 (公)

する。同時に第一段処理目標濃度設定器(4)、比較回路(5)および作動部等の可変供給経路制御部が作動を開始し、電磁弁が開動作する。この時点で基本供給経路(6)と可変供給経路(7)が炉(1)内へ通じている。比較回路(5)は目標濃度設定器(4)からの信号と赤外線ガス濃度分析計(3)からの信号を受けて比較分析して、作動部に指令信号を送る。指令信号を受けれた前記作動部時はモーターパンプ(10a)を0～100ppmの開閉状態で作動させ、経路(7)に適当量のアンモニアガスを流す。この流量は第一段処理の未分解アンモニアガス設定濃度と炉内の実測濃度との差分相当量である。即ち、炉内の未分解アンモニアガス濃度は上記基本供給経路(6)からの基本供給量に前記可変供給経路(7)からの可変供給量を加えることにより、第一段処理開始後

— 9 —

時からの分解ガス（成分として $H_2$ 、 $75\% + H_2$ 、 $25\%$ ）を導入して炉内アンモニア濃度を強制的に低下させる必要がある。経路(6)からのアンモニアガス量と経路(7)からの分解ガス量は第二段窒化処理温度への昇温時間に応じて適宜に組合わすことができる。

炉内濃度が第二段窒化処理温度に達すると第二段窒化処理が開始する。この時同時に第二段窒化処理目標濃度設定器(4)、比較回路(5)および作動部が作動を開始し、電磁弁も開動作する。この時点で、経路(1)、(2)、(3)が炉(1)内へ通じている。炉(1)内の未分解アンモニアガス濃度の調整は第一段窒化処理時と同様に、基本供給経路(6)、(7)からの一定ガス量に、設定濃度と実測濃度の差分相当量のアンモニアガスを比較回路(5)からの指令により可変量として加えることによつて前記未分解ア

— 10 —

ンモニアガス濃度が設定値に正値に維持される。

こうして第二段窒化処理が進行するが、これが終了すると、電磁弁04、04が閉じ経路04、04が閉鎖される。又比較回路04、目標濃度設定器04、作動部04が動作を停止する。以後、加熱部の停止とモーターバルブ04、04の開動作、ブロー04の作動により炉内の雰囲気ガスを熱交換器04を送して強制的に冷却し、該ガスを再び炉内へ送入、循環させて炉内を冷却する。そして炉内ガスを排気するため電磁弁04が開動作し、置換用ガス供給経路04が開かれる。例は置換ガス送入用バルブである。

降熱が完了するとブロー04を停止し、経路04を開鎖して、品物を取り出す。これで処理サイクルが完了する。以上の操作における供給ガスの開閉

-11-

における炉内内の未分解アンモニアガス濃度は、基本供給経路からの一定ガス量と可変供給経路からの可変ガス量による二段操作によつて自動的に設定値に達成させているので、上述の如くのハンチング現象も生じることなく、製品の品質が安定し歩留りが良く、又省力化、労エネルギー化を大きく前進させるものである。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明を具体化する各装置の系統図で、第2図は二段窒化処理の進行に伴う炉内濃度と未分解アンモニアガス濃度の変化を示す略図、第3図は二段窒化処理における各段階でのガス供給経路の開閉状態を示す。

(1)…プログラム制御部、(2)…窒化炉、(3)、(4)…目標濃度設定器、(5)…比較回路、(6)…赤外線ガス

状態は第3図に示されている。図中斜線部分は弁の開状態を示している。

窒化処理において、アンモニア全供給量を一括して直接コントロールし、雰囲気ガスを制御させようとすると、設定値に対して値が必ず大きな揺動をもつて上下に変動を繰り返す。所謂ハンチング現象を生じ、特に第二段窒化の僅か処理途中における濃度、アンモニア濃度の設定変更に対してはとも過激してゆかない。従つて複雑且つ多岐に亘る熟練的操作にもかかわらず、品質は一定せず、処理時間は長くなり、その分使用ガス量も増し、分償りが悪く、省力化、省エネルギー化にも相反するものとなる。

本発明は予めプログラムされた操作に従つて二段階の窒化処理を進行させると共に、各処理段階

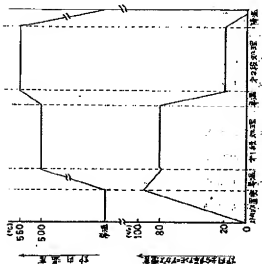
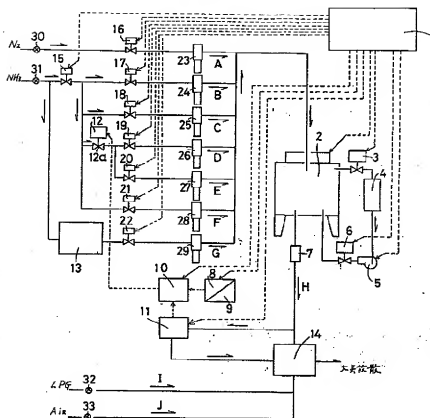
-12-

濃度分析計、04…作動部、04、04…04…電磁弁、04、04…04…流量計、04、04…04…バルブ、(A)、(B)…置換用ガス供給経路、(C)、(D)…アンモニアガス基本供給経路、(E)…分解ガス基本供給経路、(F)、(G)…アンモニアガス可変供給経路、(H)…排気ガス経路、(I)、(J)…排気ガス供給用ガス供給経路

出願人 光洋精工株式会社

代理人 五 歩 一 敬





# (白路) 手 続 補 正 書

昭和 51 年 7 月 27 日

特許庁長官 片山石郎 殿

153  
252

## 1. 事件の表示

昭和 51 年 特 許 願 第 75120 号

## 2. 発明・考案の名称

二段窒化法における窒化雰囲気中の未分解アンモニアガス濃度の制御方法

## 3. 補正をする者

事件との関係 出 願 人

名 称 (124) 光洋精工株式会社

## 4. 代 理 人

住 所 大阪市東区伏見町4丁目35番地 芝川ビル2階1号

電話 (06) 231-5629・202-5938 美

氏 名 (607) 弁護士 五 歩 一 教 治



## 5. 補正の命令の日附

昭和 年 月 日

## 6. 補正の対象

- (1) 明細書の特許請求の範囲の欄
- (2) 明細書の発明の詳細な説明の欄
- (3) 代理権を証明する書面(委任状)



## 2. 特許請求の範囲

二段窒化法における炉内窒素中に占める未分解アンモニアガス濃度の自動制御において、基本供給経路からの予め設定された一定の供給ガス量に加えて、目標濃度設定部、ガス濃度分析計、比較回路および作動部からなる可変供給経路制御部の指令信号により設定濃度と炉内実体濃度の差分相当量のガスを可変供給経路から可変ガス量として調節供給することにより炉内の未分解アンモニアガス濃度を制御し、一方窒化処理の各工程の進行に伴う各装置の始停動作はプログラム制御部により予め設定されていることを特徴とする二段窒化法における窒化雰囲気中の未分解アンモニアガス濃度の制御方法

## 7. 補正の内容

- (1) 特許請求の範囲を別紙の通り補正します。
- (2) 明細書第5頁第12行目「固定」とあるを「調整」とします。
- (3) 明細書第5頁第13行目、及び第7頁第25行目に「Ag」とあるを「Aq」と補正します。
- (4) 明細書第10頁第4行目「処理温」とあるを「処理温度」と補正します。
- (5) 明細書第13頁第6行目「劣エネルギー」とあるを「省エネルギー」と補正します。
- (6) 委任状1通追加します。

出願人 光洋精工株式会社

代理人 五 歩 一 教 治



- 2 -